

⑤

⑯ BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



Behördeneigentum

⑯

Offenlegungsschrift 25 38 950

⑯

Aktenzeichen: P 25 38 950.8

⑯

Anmeldetag: 2. 9. 75

⑯

Offenlegungstag: 3. 3. 77

⑯

Unionspriorität:

⑯ ⑯ ⑯

⑯

Bezeichnung: Verfahren zur Herstellung von 2,6-Dichlor-nicotinsäuren

⑯

Anmelder: BASF AG, 6700 Ludwigshafen

⑯

Erfinder: Lamm, Gunther, Dipl.-Chem. Dr., 6733 Hassloch

1 2 3 4 5 6 7 8 9

BASF Aktiengesellschaft

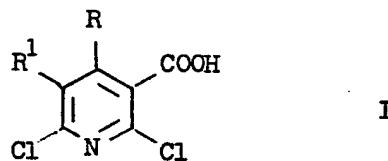
2538950

Unser Zeichen: O.Z. 31 517 Bg/Fe

6700 Ludwigshafen, 29.8.1975

Verfahren zur Herstellung von 2,6-Dichlor-nicotinsäuren

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Verbindungen der Formel I

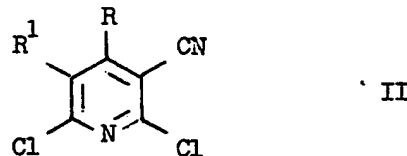


in der

R Wasserstoff oder C₁- bis C₅-Alkyl und

R¹ Wasserstoff, Methyl oder Äthyl

bedeuten, das dadurch gekennzeichnet ist, daß man Verbindungen der Formel II



in konzentrierter Schwefelsäure erhitzt.

379/75

- 2 -

709809/1123

2538950

R ist vorzugsweise Methyl und
R¹ Wasserstoff.

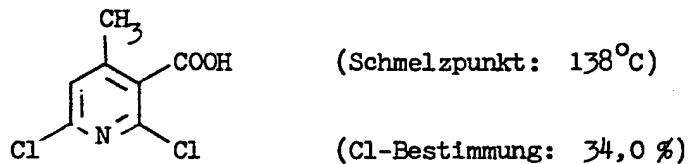
Unter konzentrierter Schwefelsäure werden im Sinne der vorliegenden Erfindung 90 bis 102, vorzugsweise 94 bis 98 %ige Säuren verstanden.

Zweckmäßigerweise wird das Verfahren so durchgeführt, daß man die Verbindung der Formel II in der Schwefelsäure auf Temperaturen von 140 - 190 °C, vorzugsweise 160 - 170 °C, erhitzt. Die Reaktionsdauer beträgt je nach den Substituenten R und R¹ ca. 10 Stunden. Nach der Umsetzung kann man zweckmäßigerweise mit Eiswasser verdünnen und die ausgefallenen Verbindungen der Formel I z. B. durch Absaugen isolieren.

Angaben über Teile und Prozente in den folgenden Beispielen beziehen sich, sofern nicht anders vermerkt, auf das Gewicht.

Beispiel 1

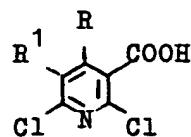
187 Teile 2,6-Dichlor-4-methyl-nicotinsäurenitril werden in 400 Teile 96 bis 98 prozentige Schwefelsäure eingerührt. Dann erhitzt man das Gemisch auf 160°C und röhrt 10 Stunden bei dieser Temperatur. Nach dem Erkalten lässt man das Gemisch unter Rühren auf 1 100 Teile Eis laufen und kühlt nach dem Auflösen des Eises auf 5 bis 10°C ab. Das ausgefallene weiße Produkt wird abfiltriert und mit wenig eiskaltem Wasser gewaschen. Nach dem Trocknen erhält man 140 Teile der Verbindung der Formel



Wenn man die Umsetzung bei tieferer Temperatur (z.B. bei 130°C) vornimmt, wird 2,6-Dichlor-4-methyl-nicotinsäureamid erhalten.

2,6-Dichlor-4-methyl-nicotinsäure kann nach den üblichen Verfahren zu 2,6-Dichlor-4-methyl-nicotinsäurechlorid (Öl) umgesetzt werden.

2538950

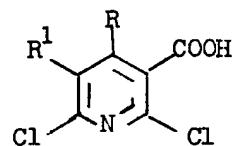


Bsp. Nr.	R	R ¹	Summenformel	ber. Cl	gef. Cl
2	H	H	C ₆ H ₃ NO ₂ Cl ₂	36,9	36,5
3	C ₂ H ₅	H	C ₈ H ₇ NO ₂ Cl ₂	32,25	32,0
4	C ₃ H ₇ (n)	H	C ₉ H ₉ NO ₂ Cl ₂	34,4	34,1
5	CH ₃	CH ₃	C ₇ H ₅ NO ₂ Cl ₂	30,4	30,1
6	CH ₃	C ₂ H ₅	C ₈ H ₇ NO ₂ Cl ₂	32,25	32,0

2538950

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von 2,6-Dichlor-nicotinsäuren
der allgemeinen Formel

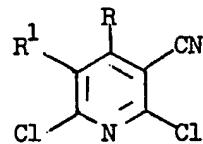


in der

R Wasserstoff oder C₁- bis C₅-Alkyl und

R¹ Wasserstoff, Methyl oder Äthyl

bedeuten, dadurch gekennzeichnet, daß man Verbindungen der
Formel



in konzentrierter Schwefelsäure erhitzt.

2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man
90- bis 102-prozentige Schwefelsäure verwendet.

3. Verfahren gemäß Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet,
daß man 94- bis 98-prozentige Schwefelsäure verwendet.

4. Verfahren gemäß den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet,
daß man die Umsetzung bei Temperaturen zwischen 140 und
190°C, vorzugsweise 160 bis 170°C, vornimmt.

BASF Aktiengesellschaft

B

709809/1123